

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-167219
(43)Date of publication of application : 11.06.2002

(51)Int.Cl. C01F 5/14
C08K 3/22
C08L 23/00
C08L101/00
C09K 21/02

(21)Application number : 2000-364884 (71)Applicant : AJINOMOTO CO INC
(22)Date of filing : 30.11.2000 (72)Inventor : YASUDA NAOKI

(54) FINE MAGNESIUM HYDROXIDE POWDER, ITS MANUFACTURING METHOD AND FIRE-RESISTANT RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To inexpensively provide magnesium hydroxide superior in a physical property, appearance when finely dispersed in a resin and being low cost by inhibiting the increase of slurry viscosity in wet pulverization, secondary coagulation and sticking in drying and by hydrophobicity treatment on the surface of the particle of the above hydroxide at the same time.

SOLUTION: Natural brucite and/or calcined magnesia of 100 pts.wt. is mixed with a polycarboxylic acid-based dispersing agent of 0.01-20 pts.wt., a fatty acid metal salt of 0.01-20 pts.wt. and water of 10-1,000 pts.wt. The fine magnesium hydroxide powder of which the mean particle diameter is 10 micron or less is manufactured by the wet pulverization. The fine powder is mixed in a thermoplastic resin compound as a fire-resistant agent and/or a fire-resistant auxiliary agent.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-167219

(P2002-167219A)

(43)公開日 平成14年6月11日 (2002.6.11)

(51)Int.Cl.¹

識別記号

F I

マーク (参考)

C 0 1 F 5/14

C 0 1 F 5/14

4 G 0 7 6

C 0 8 K 3/22

C 0 8 K 3/22

4 H 0 2 8

C 0 8 L 23/00

C 0 8 L 23/00

4 J 0 0 2

101/00

101/00

C 0 9 K 21/02

C 0 9 K 21/02

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全7頁)

(21)出願番号

特願2000-364884(P2000-364884)

(71)出願人 000000066

味の素株式会社

東京都中央区京橋1丁目15番1号

(72)発明者 安田 直樹

神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-2 味の

素ファインテクノ株式会社内

(74)代理人 100102299

弁理士 芳村 武彦

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水酸化マグネシウム微粉末、その製造方法及び難燃性樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】 水酸化マグネシウムを湿式粉碎する際のスラリー粘度上昇、乾燥時の2次凝聚及び固着を抑制し、同時に水酸化マグネシウム粒子表面の疎水化処理を行うことにより、樹脂に充填した際に微細に分散させて物性や外観に優れた低成本の水酸化マグネシウムを提供する。

【解決手段】 天然ブルーサイト及び/又は焼成マグネシア100重量部に対して、ポリカルボン酸系分散剤0.01~20重量部、脂肪酸金属塩0.01~20重量部、水10~1,000重量部を混合し、湿式粉碎して平均粒径10ミクロン以下の水酸化マグネシウム微粉末を製造し、得られた微粉末を難燃剤及び/又は難燃助剤として、熱可塑性樹脂組成物に配合する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して、ポリカルボン酸系分散剤0.01～20重量部、脂肪酸金属塩0.01～20重量部、水10～1,000重量部を混合し、湿式粉碎して得られる平均粒径10ミクロン以下の水酸化マグネシウム微粉末。

【請求項2】 焼成マグネシアが、天然マグネサイトを焼成して得られたものである請求項1記載の水酸化マグネシウム微粉末。

【請求項3】 天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して、ポリカルボン酸系分散剤0.01～20重量部、脂肪酸金属塩0.01～20重量部、水10～1,000重量部を混合し、湿式粉碎することを特徴とする水酸化マグネシウム微粉末の製造方法。

【請求項4】 焼成マグネシアが、天然マグネサイトを焼成して得られたものである請求項3記載の水酸化マグネシウム微粉末の製造方法。

【請求項5】 热可塑性樹脂100重量部に対して請求項1又は2に記載の水酸化マグネシウム微粉末5～30重量部を配合した難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項6】 热可塑性樹脂がポリオレフィン系樹脂である請求項5記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、天然鉱石を原料とした水酸化マグネシウム微粉末、その製造方法、及びハロゲンを含有しない安価で性能の優れた難燃化熱可塑性樹脂組成物に関するものであり、難燃性が要求される分野に広く利用することができる。

【0002】

【従来の技術】 一般に、熱可塑性樹脂の難燃化には、ハロゲン系化合物、リン化合物、三酸化アンチモンや水酸化マグネシウム等の難燃剤又は難燃助剤を添加する方法が従来から行なわれており、特に最近では焼却時にダイオキシンが発生しにくく、燃焼時にハロゲン化水素などの有毒ガスを発生しない等の環境視点から、水酸化マグネシウムや水酸化アルミニウムなどの水酸化物が注目されている。この水酸化物は、燃焼時に熱分解して水を放出して吸熱するため、プラスチックなどの難燃剤として使用されており、水酸化アルミニウムは分解温度が200～350℃、水酸化マグネシウムの分解温度が340～490℃である。近年、上記の環境視点などから含ハロゲン樹脂からの代替材料としてポリオレフィンが使用されているが、その難燃化には、特公昭57-10898号公報に見られるように、ポリオレフィンに分解温度が近い水酸化マグネシウムが使用される場合が多い。

【0003】 このような中、例えは電線、ケーブル用樹脂においては、従来使用されていたポリ塩化ビニル樹脂

やハロゲン系難燃剤に替わり、ポリオレフィン系樹脂および水酸化マグネシウムを用いた難燃性樹脂が開発されている。水酸化マグネシウムを使用する場合、樹脂の耐熱老化性などに影響する鉄分などの不純物が少なく、樹脂の物性や外観に影響する粒径が小さいという利点のある海水由来の水酸化マグネシウムが使用されている。しかしながら、高純度にするための精製に大きなコストを要し、より低コスト化が求められている。

【0004】 天然鉱物由来の水酸化マグネシウムを利用する試みも幾つか行われており、天然ブルーサイト等の水酸化マグネシウムを主成分とする天然鉱物を粉碎したものを、脂肪酸のアンモニウム塩またはアミン塩などで表面処理したもの（特公平7-42461号公報参照）、脂肪酸、カップリング剤等で表面処理したもの（特開平5-17692号公報参照）などが報告されている。また、天然鉱物を利用する方法としては、炭酸マグネシウムが主成分であるマグネサイトなどを焼成して酸化マグネシウムとした後、これを水と反応させて水酸化マグネシウムとする方法がある。

【0005】 天然鉱物由来の水酸化マグネシウム粉末を製造する場合には粉碎工程が必要であるが、ボールミルなどで粉碎する場合、水などの分散媒を使用しない乾式粉碎と、分散媒を使用する湿式粉碎がある。乾式粉碎は乾燥工程が必要ないことなどから、天然鉱物由来の水酸化マグネシウムを粉碎する場合に一般的に使用されているが、粉碎効率が悪く、コストが見合う平均粒径は2～3ミクロンが限界と言われている。このため、樹脂に充填した際の外観や強度に影響を与える欠点がある。

【0006】 一方、湿式粉碎は粉碎効率が良いため、通常の無機物の場合には平均粒径を1ミクロン付近にまで粉碎することが可能である。しかしながら、水酸化マグネシウムを湿式粉碎すると以下の問題が発生する。

（1） 粉碎が進んで粒径が小さくなるに従って、スラリー粘度が上昇し、粉碎が困難になる。また、乾燥するまでスラリーを保管している間にも、スラリー粘度が上昇して、スラリー輸送やスプレー乾燥ができないなどの問題が発生する。

（2） 粉碎スラリーを乾燥すると、一次粒子同士が凝集して固着するので、見掛けの粒子径（二次粒子径）が大きくなってしまう。

（3） 上記（1）を避けるには粒子表面を親水化する方法が良いが、一方、樹脂に良く分散させる為には、表面を疎水化する必要がある。

上記の問題を解決する為に、既存の技術で使用されている表面処理剤配合を試みたが、良い結果が得られなかつた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明が解決しようとする課題は、粉碎効率の良い湿式粉碎で水酸化マグネシウムを粉碎する際に、スラリー粘度上昇、乾燥時の2次

凝集及び固着を抑制し、同時に水酸化マグネシウム粒子表面の疎水化処理を行うことにより、樹脂に充填した際に微細に分散させて物性や外観に優れた難燃性樹脂組成物を得ることができる、低成本の水酸化マグネシウム微粉末を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、鋭意検討した結果、天然鉱石由来の水酸化マグネシウム製造工程中の湿式粉碎時に、ポリカルボン酸系分散剤及び脂肪酸金属塩を併用して粒子の表面処理を行うことにより、スラリー粘度上昇抑制、スラリー乾燥時の2次粒子固着防止、及び乾燥後の疎水性付与を達成できることを見出し、本発明の完成に至った。すなわち本発明は、以下の内容で構成される。

(1) 天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して、ポリカルボン酸系分散剤0.01～20重量部、脂肪酸金属塩0.01～20重量部、水10～1,000重量部を混合し、湿式粉碎して得られる平均粒径10ミクロン以下の水酸化マグネシウム微粉末。

(2) 焼成マグネシアが、天然マグネサイトを焼成して得られたものである(1)記載の水酸化マグネシウム微粉末。

(3) 天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して、ポリカルボン酸系分散剤0.01～20重量部、脂肪酸金属塩0.01～20重量部、水10～1,000重量部を混合し、湿式粉碎することを特徴とする水酸化マグネシウム微粉末の製造方法。

(4) 焼成マグネシアが、天然マグネサイトを焼成して得られたものである(3)記載の水酸化マグネシウム微粉末の製造方法。

(5) 熱可塑性樹脂100重量部に対して(1)又は(2)に記載の水酸化マグネシウム微粉末5～300重量部を配合した難燃性熱可塑性樹脂組成物。

(6) 熱可塑性樹脂がポリオレフィン系樹脂である
(5) 記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明で使用される天然ブルーサイトは、主成分が水酸化マグネシウムである天然鉱石である。樹脂の難燃性付与の観点からは、水酸化マグネシウムの含有量が高いほど良く、通常は80%以上のもの、望ましくは90%以上のものが良い。また本発明で使用される焼成マグネシアは、炭酸マグネシウム、水酸化マグネシウム、塩化マグネシウムなどを通常800℃以上で焼成して得られ、1,500℃以下で焼成する軽焼マグネシアと、1,500℃以上で焼成する死焼マグネシアとがあるが、本発明の目的には、軽焼マグネシアで充分である。

【0010】ポリカルボン酸系分散剤としては、一般に市販されているもので良く、オレフィン-マレイン酸塩

共重合体、オレフィン-無水マレイン酸共重合体、ポリアクリルアミド部分加水分解物、スチレン-マレイン酸塩系、スチレン-無水マレイン酸共重合体、スチレン-マレイン酸エステル系、アクリル酸-アクリル酸エステル系、アクリル酸塩-アクリル酸エステル系、ポリアクリル酸塩系、アクリル酸エステル部分架橋ポリマー系、スチレン-マレイン酸-アリルエーテル系、アリルエーテル-マレイン酸エステル系などのポリマー類を挙げることができ、これらは単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。構造中のカルボン酸の形態は、フリーボリマーの他、ナトリウムやカルシウム等の金属塩、アンモニウム塩、アミン塩などを挙げることができるが、水共存化で湿式粉碎を行う場合には、水溶性の観点からフリーボリマー以外の形態が望ましく、金属塩の場合にはナトリウム塩などのアルカリ金属塩が望ましい。

【0011】ポリカルボン酸系分散剤の添加量は、天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して0.01～20重量部であり、0.01重量部より小さいと水系分散媒中での水酸化マグネシウムの分散性が低下してスラリー粘度が上昇する。一方、20重量部よりも大きいと乾燥時の2次凝集を起しやすくなり、また乾燥後に水酸化マグネシウム表面が親水性となり、樹脂中での分散性が悪くなる。これらの観点から、望ましくは0.1～10重量部、さらに好ましくは0.5～5重量部の範囲で添加する。湿式粉碎工程におけるポリカルボン酸系分散剤の添加時期であるが、通常は予め系に添加し、場合によりスラリー粘度の上昇度合いを見ながら何回かに分けて粉碎中に添加する。

【0012】本発明で使用する脂肪酸金属塩であるが、疎水性付与及び2次凝集防止に必要なアルキル基の長さから、炭素数8以上の飽和又は不飽和脂肪酸の金属塩が望ましく、オクタン酸、デカン酸、ドデカン酸、ミリスチン酸、ベヘニン酸、パルミチン酸、イソステアリン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソノナン酸、アラキニン酸などの金属塩を挙げることができる。また、ヤシ油脂肪酸、牛脂脂肪酸、大豆油脂肪酸、バーム油脂肪酸、硬化油脂肪酸等の混合脂肪酸の金属塩を使用してもよい。疎水性付与の観点からは、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸などの金属塩が望ましい。また、対イオンとなる金属は、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属の他、亜鉛、アルミニウムなどを挙げることができるが、水溶性の観点からはアルカリ金属が望ましい。従って、これらの脂肪酸金属塩の中では、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウムなどが好ましく、特にオレイン酸ナトリウムはポリカルボン酸系分散剤と併用することにより、水酸化マグネシウム表面の疎水化だけでなく、スラリー粘度低下効果が大きいので好適である。これらの脂肪酸金属塩は単独で、又は2種以上を組み合わせて使用する

ことができる。

【0013】脂肪酸金属塩の添加量は、天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して0.01～20重量部であり、0.01重量部より小さいと乾燥時の2次凝集を起しやすくなり、また乾燥後に水酸化マグネシウム表面の疎水化が不充分となり、樹脂中の分散性が悪くなる。20重量部よりも大きいと、系のスラリー粘度が上昇する。これらの観点から、望ましくは0.1～10重量部、さらに好ましくは0.5～5重量部の範囲で添加する。また、ポリカルボン酸系分散剤の添加量よりも多い方が望ましい。湿式粉碎工程における脂肪酸金属塩の添加時期であるが、予め系に添加するか、スラリー粘度の上昇度合いを見ながら何回かに分けて粉碎中に添加する。

【0014】添加する水の量は天然ブルーサイト及び／又は焼成マグネシア100重量部に対して10～1,000重量部であり、10重量部より小さいとスラリー粘度が高く粉碎が困難になり、1,000重量部より大きいと系の被粉碎物の濃度が低下して粉碎効率が低下する。これらの観点からは、望ましくは50～500重量部、さらに好ましくは100～200重量部の水を添加する。水は、通常は予め系に添加するが、スラリー粘度上昇の度合いを見ながら、何回かに分けて粉碎途中に添加しても差し支えない。なお、添加する水は、他の水溶性媒体と混合したものであっても差し支えない。

【0015】使用する粉碎機は、湿式で使用できるものであれば特に限定されないが、通常はボールミルが使用される。材質も特に限定されないが、鉄などの材質由来の不純物混入を防止するには、珪石、アルミナ、ゴムなどで内部をライニングしたボールミルに、アルミニナやジルコニアなどのボール状メディアを使用すると良い。本発明では、得られる水酸化マグネシウムの平均粒径は10ミクロン以下とする。これより大きいと、樹脂に充填した場合に外観不良、引張強度低下などの悪影響を及ぼす。これらの観点からは、望ましくは5ミクロン以下、さらに好ましくは2ミクロン以下に調整するのが良い。

【0016】本発明で得られる水酸化マグネシウム粉末は、熱可塑性樹脂の難燃剤及び／又は難燃助剤として好適に用いられる。本発明で得られる水酸化マグネシウムを充填する熱可塑性樹脂としては、熱可塑性を示す樹脂であれば良く、塩化ビニル、塩化ビニリデンなどの塩素含有樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-エチルアクリレート共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体などのポリオレフィン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリブチレンナフタレートなどのポリエステル樹脂、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合体、ポリスチレンなどのポリスチレン系樹脂、6ナイロン、66ナイロンなどのポリアミド系樹脂、ポリフェニレシエーテル、ポリ

フェニレンサルファイド、ポリエーテルエーテルケトン等のエンジニアリングプラスチック、その他、複合材料の分野で使用できる熱可塑性樹脂を挙げることができ、これらの中から複数の樹脂を併用することもできる。これらの中で、水酸化マグネシウムによる難燃効果が大きいことから、ポリオレフィン樹脂が好適である。

【0017】熱可塑性樹脂100重量部に対する水酸化マグネシウムの添加量は5～300である。水酸化マグネシウム単体で難燃性を付与する場合には、通常50重量部以上の添加が必要であるが、他の難燃剤との併用もしくは難燃助剤として使用する場合には、5～50重量部の添加量もあり得る。300重量部以上の添加は、加工性低下や引張強度低下などの物性への悪影響が出るため好ましくない。さらに、本発明の熱可塑性樹脂組成物には、必要に応じて本発明の特徴を損なわない範囲で、他の添加剤、安定剤、有機または無機の顔料、染料、可塑剤、滑剤、整泡剤、発泡剤、難燃剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、増核剤等を1種または複数併用して添加することができる。

【0018】

【本発明の作用】本発明により得られる効果は、以下の機構で発現するものと考えられる。本発明で使用されるポリカルボン酸系分散剤は水酸化マグネシウム表面に吸着し、さらに遊離してマグネシウムイオンを捕捉して、湿式粉碎時のスラリー粘度上昇を抑制する。また、脂肪酸金属塩は、恐らく乾燥時に水酸化マグネシウムの表面に吸着して表面を疎水化し、樹脂に充填する際の分散性を向上させる。脂肪酸金属塩のみを処理剤として使用するとスラリー粘度が上昇するが、ポリカルボン酸系分散剤の共存下では、スラリー粘度上昇が抑制される。また、ポリカルボン酸系分散剤のみ、もしくは脂肪酸金属塩のみを処理剤として使用すると、乾燥後の2次凝集体が固くなり、容易に一次粒子化できないが、両者を併用することにより一次粒子同士の凝集がゆるやかになり、非常に小さいせん断力で一次粒子化することができるようになるので、何らかの協働作用が働いていると推定される。

【0019】

【実施例】次に、本発明について、その内容を実施例及び比較例を挙げて詳細に説明する。なお、以下の実施例は本発明の範囲を限定するものではなく。本発明の内容をより明確に示すために記載されたものである。

(実施例1) 水酸化マグネシウムの調製(1)

天然ブルーサイトの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「マイティ150」、花王(株)製)2重量部、ステアリン酸ナトリウム(特級、純正(株)製)2重量部、水100重量部をボールミルに入れ、5mm径のアルミニウムメディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。得られたスラリーは流動性があり、沪過にて固形分を沪

別、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム1を得た。この乾燥ケーキは非常に脆く、スパチュラでつぶすと容易に細かい粉体になり、この粉体は水に浮き撓水性を示した。また、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は1.8ミクロンであった。

【0020】(実施例2)水酸化マグネシウムの調製
(2)

天然ブルーサイトの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「マイティ3000」、花王(株)製)2重量部、オレイン酸ナトリウム(特級、純正(株)製)2重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。得られたスラリーは流動性があり、沪過にて固形分を沪別して、120℃で2時間乾燥、ケーキ状の水酸化マグネシウム2を得た。この乾燥ケーキは非常に脆く、スパチュラでつぶすと容易に細かい粉体になり、この粉体は水に浮き撓水性を示した。また、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は1.6ミクロンであった。

【0021】(実施例3)水酸化マグネシウムの調製
(3)

軽焼マグネシアの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「ボイズ535」、花王(株)製)2重量部、ステアリン酸ナトリウム(特級、純正(株)製)2重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。途中2時間粉碎後に上記ポリカルボン酸系分散剤を2重量部、4時間後にオレイン酸ナトリウム2重量部を添加して粉碎を続けた。得られたスラリーを沪過にて固形分を沪別して、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム3を得た。この乾燥ケーキは非常に脆く、スパチュラでつぶすと容易に細かい粉体になり、この粉体は水に浮き撓水性を示した。また、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は1.6ミクロンであった。

【0022】(実施例4)水酸化マグネシウムの調製
(4)

軽焼マグネシアの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「ボイズ535M」、花王(株)製)2重量部、オレイン酸ソーダ(特級、純正(株)製)2重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。途中2時間粉碎後に上記ポリカルボン酸系分散剤を2重量部、4時間後にオレイン酸ナトリウム2重量部を添加して粉碎を続けた。得られたスラリーを沪過にて固形分を沪別して、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグ

ネシウム4を得た。この乾燥ケーキは非常に脆く、スパチュラでつぶすと容易に細かい粉体になり、この粉体は水に浮き撓水性を示した。また、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は1.5ミクロンであった。

【0023】(比較例1)水酸化マグネシウムの調製
(5)

天然ブルーサイトの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「マイティ150」、花王(株)製)4重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。得られたスラリーは流動性があり、沪過にて固形分を沪別、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム5を得た。この乾燥ケーキは非常に固く、スパチュラでつぶそうとしても解碎は困難であった。少量得られた粉体を水に入れたところ、沈んでしまい撓水性がなかつた。また、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は8ミクロンであった。

【0024】(比較例2)水酸化マグネシウムの調製
(6)

天然ブルーサイトの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、ステアリン酸ナトリウム(特級、純正(株)製)4重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行おうとしたところ、粉碎2時間でスラリーの流動性がなくなり、粉碎の続行ができなくなつた。スパチュラで粘土状の固形分を取り出し、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム6を得た。この乾燥ケーキは非常に固く、スパチュラでつぶそうとしても解碎は困難であった。少量得られた粉体は水に浮き撓水性を示したが、レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は40ミクロンであった。

【0025】(比較例3)水酸化マグネシウムの調製
(7)

軽焼マグネシアの粗粉碎物(平均粒径約0.1mm)100重量部、市販のポリカルボン酸系分散剤(商品名「ボイズ535」、花王(株)製)4重量部、水100重量部をポールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行った。得られたスラリーは流動性があり、沪過にて固形分を沪別、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム7を得た。この乾燥ケーキは非常に固く、スパチュラでつぶそうとしても解碎は困難であった。少量得られた粉体を水に入れたところ、沈んでしまい撓水性がなかつた。またレーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は5ミクロンであった。

【0026】(比較例4)水酸化マグネシウムの調製
(8)

軽焼マグネシアの粗粉碎物（平均粒径約0.1mm）100重量部、ステアリン酸ナトリウム（特級、純正（株）製）4重量部、水100重量部をボールミルに入れ、5mm径のアルミナ製メディア100重量部にて6時間湿式粉碎を行おうとしたところ、粉碎1時間でスラリーの流動性がなくなり、粉碎の続行ができなくなつた。スパチュラで粘土状の固形分を取り出し、120℃で2時間乾燥し、ケーキ状の水酸化マグネシウム8を得た。この乾燥ケーキは非常に固く、スパチュラでつぶそうとしても解碎は困難であった。少量得られた粉体は約半量が水に浮き、半量が沈んだ。レーザー回折式粒度分布測定装置にて粒度分布を測定したところ、平均粒径は45ミクロンであった。

【0027】（実施例5）実施例1で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、エチレン-エチルアクリレート共重合体（日本ボリオレフィン（株）製、「J-REX A1150」）100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価としてJIS K7201に準拠して酸素指数を測定したところ（以下、同様）、27.1であった。

【0028】（実施例6）実施例2で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.0であった。

【0029】（実施例7）実施例3で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.3であった。

【0030】（実施例8）実施例4で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測

定したところ、27.1であった。

【0031】（比較例5）比較例1で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、26.0であった。

【0032】（比較例6）比較例2で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られ、表面はザラザラしていた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.4であった。

【0033】（比較例7）比較例3で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.8であった。

【0034】（比較例8）比較例4で得られた水酸化マグネシウム粉末125重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例5で使用したエチレン-エチルアクリレート共重合体100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られ、表面はザラザラしていた。また難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.5であった。

【0035】（実施例9）実施例1で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、直鎖状低密度ポリエチレン（L-LDPE：三井化学製「Ultex 15100C」）100重量部を混合し、熱ロールにて140℃で10分間混練、得られたシート状混練物を140℃10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.4であった。

【0036】（実施例10）実施例2で得られた水酸化

マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.5であった。

【0037】(実施例11) 実施例3で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.4であった。

【0038】(実施例12) 実施例4で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には水酸化マグネシウムが均一に分散していた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、27.4であった。

【0039】(比較例9) 比較例1で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、26.5であった。

【0040】(比較例10) 比較例2で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られ、表面はザラザラしていた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.8であった。

【0041】(比較例11) 比較例3で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られた。また、難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.6であった。

【0042】(比較例12) 比較例4で得られた水酸化マグネシウム粉末150重量部、ステアリン酸カルシウム1重量部、実施例9で使用したL-LDPE100重量部を混合し、熱ロールにて140°Cで10分間混練、得られたシート状混練物を140°C10分間、熱プレス成形して厚さ3mmの成形物を得た。得られた成形物中には、水酸化マグネシウムが凝集したブツが見られ、表面はザラザラしていた。また難燃性評価として酸素指数を測定したところ、25.9であった。

【0043】

【発明の効果】以上のように、本発明の水酸化マグネシウム微粉末は、低コストで製造することができるとともに、湿式粉碎時にスラリーの粘度上昇を抑制して微細な粒子となり、乾燥時の一次粒子固着を防止し、樹脂に充填した際には良好な分散性を示すことがわかる。また、この微粉末を配合した樹脂組成物は、良好な難燃性を有する。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G076 AA10 AB02 AB21 BA37 BA46
BB08 CA04 CA05 CA26 DA05
4H028 AA10 AA42 AB04 BA03 BA06
4J002 BB031 BB061 BB071 BB121
BB151 BC031 BD041 BD101
BN151 CF061 CF071 CF081
CG001 CH071 CH091 CL011
CL031 CN011 DE076 FD136